

**Б. Ковалюк¹, канд. фіз.-мат. наук; Ю. Нікіфоров¹, канд. техн. наук;
М. Ніщенко², докт. фіз.-мат. наук**

¹Тернопільський державний технічний університет імені Івана Пулюя

²Інститут металофізики імені Г.В. Курдюмова НАН України

ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ ЛАЗЕРНИХ УДАРНИХ ХВИЛЬ НА НЕРЖАВІЮЧУ СТАЛЬ X18H10T-ВД МЕТОДОМ ЕЛЕКТРОННО-ПОЗИТРОННОЇ АНІГІЛЯЦІЇ

В роботі досліджено вплив лазерних ударних хвиль, що генерувались за допомогою модернізованого оптичного квантового генератора на базі ГОС-1001 з пасивною модуляцією добротності. Методом електронно-позитронної анігіляції досліджено відпал дефектів, що утворились внаслідок проходження ударних хвиль у зразках сталі X18H10T-ВД. Виявлено, що після лазерної ударно-хвильової обробки в зразках виникають точкові дефекти, що починають відпалюватись при температурах нижчих, ніж дефекти, утворені при гартуванні та комплексній дії ударної хвилі та деформації прокаткою. Дефекти, що утворюються під дією лазерної ударної хвилі, мають вищу рухомість, ніж вакансії, що з'являються після гартування.

B. Kovalyuk, Yu. Nikiforov, M. Nischenko

INVESTIGATION OF THE LASER SHOCK WAVES INFLUENCE ON THE STAINLESS STEEL X18H10T-ВД BY THE METHOD OF ELECTRON-POSITRON ANNIHILATION

The effect of the laser shock waves generated by the advanced optical quantum generator on ГОС-1001 with the passive Q-switch generation has been investigated. Using the method of the electron-positron annihilation annealing of defects caused by the LSW in X18H10T-ВД steel have been studied. It was found, that after laser shock wave treatment point defects start being annealed in the specimens at the lower temperatures than those formed during hardening, on the complex action LSW and deformation. Defects, formed under the laser shock wave have less mobility than vacancies formed after hardening.

Вступ. Останнім часом активізувалось вивчення генерації дефектів структури в речовині при дії коротких імпульсів лазерного випромінювання. Інтенсивність потоків енергії в таких експериментах, зазвичай, не перевищує 10^9 Вт/см², щоб за час в декілька десятків наносекунд не викликати помітних термічних ефектів на глибині, більшій ніж $\sqrt{a\tau}$, де a – коефіцієнт температуропровідності. При таких режимах опромінення біля поверхні зразка утворюється ударна хвиля, поширення фронту якої викликає зміну властивостей матеріалу [1, 2].

Точність, технологічність та безпека лазерної ударно-хвильової обробки є більш високими в порівнянні з методами, що використовують для цього вибухові речовини. Крім того, в експериментах із лазерною ударною хвилею, на відміну від інших методів генерації ударних хвиль, принципово спрощується можливість отримання форми фронту хвилі- плоского, циліндричного, сферичного, а також кількості ударних імпульсів, оскільки перше визначається тільки формою поглинаючої поверхні, а друге- вибором та юстуванням оптичного випромінювача і модулятора добротності. Це стимулює дослідників визначити критерії та межі використання імпульсного лазерного випромінювання для цілеспрямованої зміни властивостей оброблюваного матеріалу шляхом покращення поверхні, відпалу та генерації дефектів, перерозподілу домішок, стимуляції хімічних реакцій та фазових переходів.

Сукупність явищ в матеріалах, які піддаються впливу наносекундного лазерного випромінювання, вивчено ще недостатньо детально, незважаючи на велику кількість публікацій з окремих питань та спроб створити повні теорії, що насамперед відноситься

до вивчення впливу лазерної ударної хвилі на дефектоутворення та електронні властивості матеріалів.

Так, практично відсутні роботи, в яких би порівнювався вплив лазерних ударних хвиль на матеріали, що суттєво відрізняються своїми пластичними властивостями, концентрацією домішок і дислокацій та вихідною дефектністю. Останнє є найбільш суттєвим для встановлення механізмів розсіяння енергії лазерної ударної хвилі та дефектоутворення, що при цьому відбуваються, і є важливим не тільки з позицій покращення властивостей матеріалів, а і вивчення їх поведінки при високошвидкісних навантаженнях.

Механічні властивості, насамперед твердість і повзучість, вивчені після дії лазерних ударних хвиль, що генеруються випромінюванням з густинами потоків $5 \cdot 10^9 - 5 \cdot 10^{10}$ Вт/см² для широкого спектру матеріалів, зокрема алюмінієвих сплавів, титану, низьковуглецевих та марганцевих сталей, детальніше, ніж процеси дефектоутворення та зміни мікроструктури, що відбуваються при цьому [3]. Це пояснюється тим, що тільки лазерні ударні хвилі малої амплітуди, характерні для обраних в даній роботі густин потоків енергії, дають можливість спостерігати початкові стадії процесів дефектоутворення. Амплітуда тисків в умовах, характерних для нашого типу експериментів, перекидає діапазон, починаючи від акустичних до 1 - 2 ГПа.

Методика експерименту. Сучасним ефективним інструментом вивчення електронної структури та дефектів кристалічної будови матеріалів є метод електронно-позитронної анігіляції [4]. Чутливість позитронів до дефектів типу „вільного об'єму”, тобто вакансій, комплексів вакансія-домішка, вакансійних кластерів, дислокацій і т.п. зумовлена явищем захоплення позитрона (локалізацією його хвильової функції) в зонах кристалу, що характеризується надлишковим негативним зарядом [5]. При цьому параметри анігіляції, такі як середній час життя позитрона, ймовірність анігіляції з електронами провідності або з електронами іонних кістяків та ін., які залежать від локальної електронної густини біля дефекта, суттєво відрізняються від таких же у випадку ідеального кристала, в якому позитрон в рівноважному стані описується делокалізованою (блохівською) хвильовою функцією. Час життя позитрона τ_e , в бездефектних металах та їх сплавах, в середньому в півтора рази менший, ніж у вакансіях (τ_v), а у вакансійних кластерах та мікропорах він може зростати в кілька разів [6]. При цьому кожен тип дефектів у конкретному матеріалі характеризується своїм значенням того чи іншого параметра анігіляції, який в багатьох випадках є вимірний і табульований. Це досягається спеціальним введенням дефектів строго визначеного типу шляхом гартування, деформації, дією радіації і т.д., причому концентрація дефектів повинна забезпечувати „насичуюче” захоплення позитронів. При одночасній наявності в зразку різнотипних дефектів, особливо з близькими анігіляційними характеристиками (такими, наприклад, як вакансії та дислокації [6]), їх ідентифікація полегшується застосуванням процедур відпалу, які дозволяють спостерігати за еволюцією дефектної структури і визначати за положенням окремих стадій відпалу енергію міграції відповідних дефектів.

В даній роботі опромінення зразків проводилось з однієї сторони в прозорому конденсованому середовищі моноімпульсами неодимового лазера на модернізованій установці ГОС-1001, що працював в режимі модульованої добротності, який досягався за допомогою пасивного модулятора на LiF кристалі із спеціально введеними домішками. Імпульси з енергією $E_0 = (13 \pm 2)$ Дж та тривалістю $\tau_i = 5 \cdot 10^{-8}$ с, що викликало в опромінюваному матеріалі появу ударних хвиль з амплітудою тиску до 2 ГПа. Схема опромінювання зразків у прозорому конденсованому середовищі представлена на рис 1. Прозоре конденсоване середовище 1 обмежує розширення плазми 2, завдяки чому підвищується тиск ударної хвилі. Екран 3 служить для захисту поверхні зразка 4 від теплової дії та є областю переходу пружної хвилі в ударну. Товщина екрану вибирається відповідно до критерію утворення лазерної ударної хвилі.

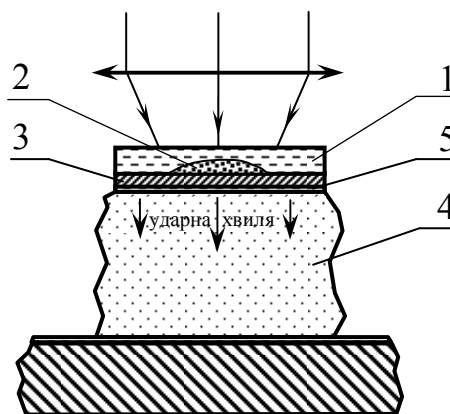


Рисунок 1 - Схема опромінювання зразків в прозорому конденсованому середовищі в режимі генерації ударних хвиль:

1- прозоре конденсоване середовище; 2 – плазма; 3 – екран; 4 – зразок; 5 – акустичний контакт

Вивчення дефектів сталі X18H10T-ВД методом електронно-позитронної анігіляції після лазерної ударно-хвильової обробки здійснювалось в інтервалі температур 300 – 873 К. Криві кутового розподілу анігіляційних фотонів отримували на стандартному довгощілинному спектрометрі з кутовим розширенням, яке дорівнює 1 мрад.

Перед дослідженням зразки зі сталі X18H10T-ВД були відпалені при 1323 К впродовж 1 год. у вакуумі 10^{-5} Па (з безмасляним відкачуванням). Початковий стан сталі – аустеніт. Контроль фазово-структурного стану сталі здійснювався за допомогою ядерної гамма резонансної спектроскопії з реєстрацією конверсійних електронів в геометрії зворотнього розсіювання на Месбауеровському спектрометрі ЯГРС-4 за допомогою протічного детектора He-CH₄ з глибини до 10^{-7} м

Результати дослідження та їх обговорення. Слід відзначити, що використання методу електронно-позитронної анігіляції для вивчення дефектів після лазерної ударно-хвильової обробки пов'язано із тим, що даний метод дозволяє вивчати зразки матеріалу товщиною до декількох міліметрів і шари, розташовані на глибині до 30-100 мкм від поверхні, оскільки глибина зони зондування дефектної структури позитронами, в якій вони переважно анігілюють, складає 100 мкм. Така глибина набагато перевищує характерну глибину проникнення тепла в сталі, яка складає для тривалості імпульсу $\tau_n \approx 5 \cdot 10^{-8}$ с величину, меншу 1 мкм.

За спектрами кутової кореляції нами розраховувався анігіляційний параметр S/W , що визначається як відношення площі центральної частини спектра шириною 4.0 мрад (симетричної відносно $\theta=0$) до площі хвостових частин спектра в інтервалах $[+7; +8.5]$ і $[-8.5; -7]$ мрад. Він характеризує рівень дефектності матеріалу. Із збільшенням концентрації дефектів параметр S/W росте.

Нерівноважні дефекти, що відпалюються в певному інтервалі температур, можна ввести в кристал в помітних кількостях за допомогою наклепу, гартування, радіації, а також за допомогою лазерних ударних хвиль. Відпалювання зразків дає можливість отримати інформацію про енергію міграції дефектів та їх взаємодію між собою і з атомами домішок. Кількість можливих рівнянь відпалу, в залежності від умов експерименту, є дуже значною, тому при первинній якісній оцінці результатів як ефективний метод застосовують ізохронний відпал за заданої температури, що дає можливість пов'язувати окремі стадії відпалу з відходом певного типу дефектів і оцінювати енергії активації їхнього руху після різних видів обробки. Із літератури відомо [7], що енергія активації руху дефектів, при використанні методу електронно-позитронної анігіляції, прийнято визначати за формулою:

$$E_a = kT_0 \ln(\nu k / \alpha E_a),$$

де, $\nu = 10^{13} \text{ с}^{-1}$ – частота Дебая;

$k = 8,62 \cdot 10^{-5} \text{ еВ/К}$ - стала Больцмана;

T_0 - середня температура стадій відпалу;

$$\alpha = \Delta(1/T)/\Delta t; \quad \Delta(1/T) = 1/T_{\text{поч}} - 1/T_{\text{кінц}}$$

Δt - час відпалу за заданої сталої температури.

На рис. 2 представлено спектр електронно-позитронної анігіляції для зразків нержавіючої сталі X18H10T-ВД після різних видів обробки. По осі абсцис відкладено температуру, по осі ординат – приведено нормовану інтенсивність спектру кутового розподілу анігіляційних фотонів. Нормування параметра S/W для досліджуваних зразків сталі X18H10 T-ВД після різних видів обробки проведено відносно його значення при заданій температурі для відпаленого зразка.

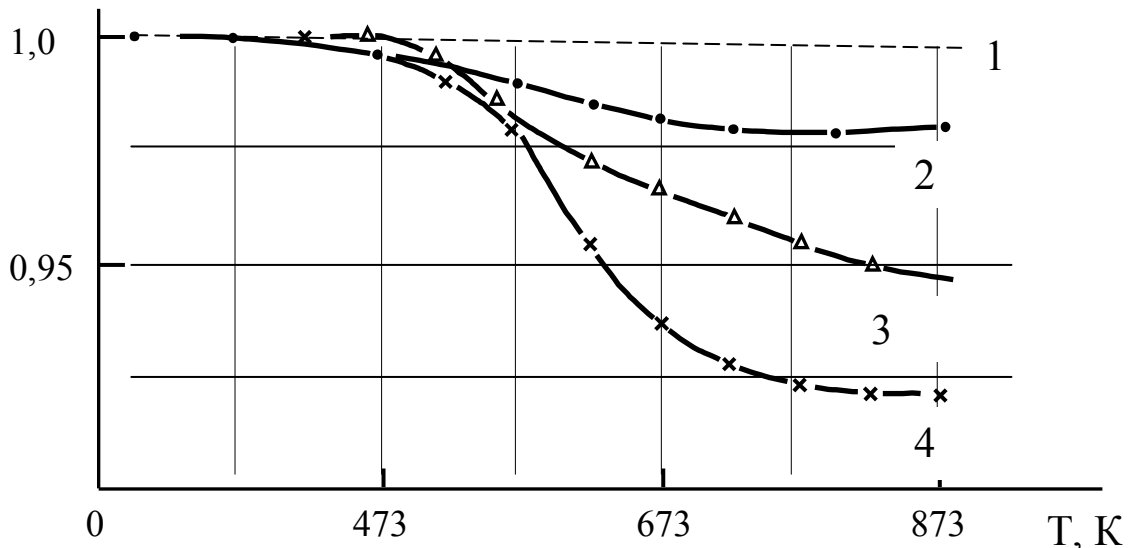


Рисунок 2 – Електронно-позитронний спектр кутового розподілу анігіляційних фотонів для різних видів обробки аустенітної сталі X18H10T-ВД: 1 – відпалений зразок; 2 – лазерна ударно-хвильова обробка попередньо відпаленого зразка; 3 – гартований зразок; 4 – лазерна ударно-хвильова обробка попередньо здеформованого прокаткою зразка

Як видно з рис. 2, у відпаленому зразку (штрихова лінія) немає ніяких змін в спектрі кутового розподілу анігіляційних фотонів. В той же час, температури, при яких починають відпалюватись дефекти після різних видів обробки (гартування та ударно-хвильова обробка відпаленого або деформованого зразків), відрізняються. У випадку загартованого сплаву відпал вакансій починається при температурі 473 К. При цьому енергія активації процесу складає величину ~ 1.9 еВ. Після ударно-хвильового впливу лазера з густиною потоку енергії випромінювання $q = 6 \cdot 10^8$ Вт/см² відпал утворених дефектів починається раніше, при нагріванні до 373 К. Енергія активації процесу ~ 1.5 еВ. Це показує, що лазерна ударно-хвильова обробка породжує дефекти, енергетичний спектр яких зсунутий в область нижчих температур відпалу.

Як видно із рисунка, при дії лазерної ударної хвилі на попередньо здеформований прокаткою зразок, початок відпалу утворених при цьому дефектів не змінюється. Це свідчить, що саме дія лазерної ударної хвилі вносить дефекти з пониженою енергією активації. Методом візуалізації поширення лазерної ударної хвилі за допомогою політетрафторетиленової плівки [8], нами встановлено, що при цьому в зразках сталі створюються механічні напруження, що сягають глибини 2,5 – 4 мм.

Відомо також, що іншими методами непрямого дослідження, зокрема відпалом електроопору [9], було встановлено появу точкових дефектів в інших матеріалах, металах і напівпровідниках -нікелі, германії та кремнії під дією лазерних ударних хвиль малої амплітуди. Так виявлено, що у відпалених при 1273 К у вакуумі зразках нікеля після лазерної ударно-хвильової обробки існують чотири стадії відпалу, які відповідають II, III, та IV стадіям відпалу радіаційних дефектів. При цьому вказані

стадії пов'язані із відпалом точкових дефектів - міжвузлових атомів з домішками та вакансій.

Низька температура початку відходу дефектів в наших експериментах також вказує на утворення вакансійних комплексів з можливою участю атомів впровадження в результаті ударно-хвильового впливу. Слід відзначити, що утворення атомів впровадження, як відомо, наявне насамперед при пошкодженні матеріалу потужними потоками частинок.

Отриманий в даній роботі спектр електронно-позитронної анігіляції та його порівняння з результатами роботи [10] підтверджують, що зміни дефектності матеріалу можливі не тільки при нагріванні зразків аустенітної сталі X18H10T-ВД лазером як з оплавленням, так і без оплавлення їх поверхні, але і при захисті поверхні зразків від прямого лазерного випромінювання. Зміни в матеріалі зразків в такому випадку є наслідком впливу на нього лазерного ударно-хвильового фактора.

Як видно із експериментів, рухомість дефектів, що утворюються в сталі X18H10T-ВД при ударно-хвильовій дії, вища, ніж рухомість вакансій після гартування. Це узгоджується з аналізом результатів додатково проведених нами експериментів з вивчення температурної залежності електроопору зразків сталі X18H10T-ВД до і після лазерної ударно-хвильової обробки. Отримані результати експерименту підтвердили наявність дефектів із малою енергією міграції в області 430-470K та їх трансформацію при подальшому нагріванні зразків.

Висновки

1. Експериментально встановлено, що метод електронно-позитронної анігіляції є ефективним інструментом при дослідженні впливу лазерних ударних хвиль малої амплітуди на метали та сплави.
2. Зміни дефектної структури сталі X18H10T-ВД при обробці лазерними ударними хвилями відрізняються від дефектності, викликані гартуванням, і певною мірою подібні до дефектів, що виникають при пошкодженні матеріалів потужними потоками частинок.

Література

1. Y.Fan, Ywang, S.Vukelic, and Y.L.Yao. Wave-solid interactions processes in laser-shock-induced deformation // Journal of Applied Physics. 98, 104904-11 (2005)
2. Kovalyuk B.P., Nikiforov Yu.N. and Nischenko M.M. The phase conversion in stainless steel under LSW processing // Rev. Adv. Mater. Sci. - 8 (2004). - P.34-40.
3. Charles S. Montross, Tao Wei, Lin Ye., Graham Clark, Yiu-Wing Mai. Laser shock processing and its effects on microstructure and properties of metal alloys // International Journal of Fatigue 24 (2002). - P. 1021-1036.
4. Графутин В.И., Прокопьев Е.П. Применение позитронной спектроскопии для изучения строения вещества // Успехи физических наук. - 2002. Т. 172. вып. 1. - С. 67-83.
5. Dekhtyar I.Ya. The use of positron for the study of solids // Phys. Reports. - 1974. - V. 9, № 5. - P. 243-253.
6. Hautojari Ed.P. Positron in solid. Springer - Verl., Berlin - Heidelberg - New York, 1979.
7. Арефьев К.П., Брудный В.Н. Оптическое поглощение и аннигиляция позитронов в GaAs, облученном электронами // Физика и техника полупроводников. - 1979. - 13, № 6. - С. 1142 - 1146.
8. Ковалюк Б., Никифоров Ю., Нищенко М., Янушкевич В. Диагностика воздействия лазерных ударных волн малой амплитуды на материалы // Материалы VII Международной школы-семинара "Импульсные процессы в механике сплошных сред" (21-25 августа 2007, г. Николаев). - С. 107-108.
9. Модификация материалов лазерными и ионными пучками. /Под ред. проф. Чэнь Чао. - Минск: Унитех, 1998. - 144 с.
10. Нищенко М.М., Федченко Р.Г., Мукашев К.М. Отжиг дефектов в стали X18H10T-ВД облученной лазером // Металлофизика. - 1988. Т.10. - №2. - С.118-120.

Одержано 08.10.2007 р.